

?t s5/5/1

5/5/1

DIALOG(R) File 351:DERWENT WPI

(c) 1999 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

003613973

WPI Acc No: 83-G2172K/198319

XRPX Acc No: N83-080729

**High-pressure piston-type metering pump - has controller and detection system maintaining constant flow irrespective of back-pressure**

Patent Assignee: HEWLETT-PACKARD GMBH (HEWP )

Inventor: SCHRENKER H

Number of Countries: 004 Number of Patents: 005

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Main IPC	Week
EP 77908	A	19830504	EP 82108397	A	19820911		198319 B
DE 3139925	A	19830714					198329
EP 77908	B	19861120					198647
US 4624625	A	19861125	US 85712332	A	19850314		198650
DE 3274371	G	19870108					198702

Priority Applications (No Type Date): DE 3139925 A 19811008

Cited Patents: DE 2649539; DE 2649593; DE 2922689; DE 2931017; DE 3035770;

No-Sr.Pub; US 4128476; US 4131393; US 4137011; US 4180375

Patent Details:

Patent	Kind	Lan	Pg	Filing Notes	Application	Patent
EP 77908	A	G	23			

Designated States (Regional): DE FR GB

EP 77908 B G

Designated States (Regional): DE FR GB

Abstract (Basic): EP 77908 A

The metering pump, e.g. for has a detection system sensing the pump's change from its compression phase (in which the fluid is compressed by its position) and its pumping phase (in which the compressed fluid is allowed to leave the pump chamber) or detecting the change from the decompression phase, i.e. piston's return stroke and the suction phase, i.e. fresh fluid ingested into pump chamber.

A controller sets the pressure on the suction or pressure side of the pump and maintains it constant. The controller derives a control signal for setting the pump's speed from the position of the change between the phases ascertained by the detection system.

Title Terms: HIGH; PRESSURE; PISTON; TYPE; METER; PUMP; CONTROL; DETECT;

SYSTEM; MAINTAIN; CONSTANT; FLOW; IRRESPECTIVE; BACK; PRESSURE

Index Terms/Additional Words: LIQUID; CHROMATOGRAPHY

Derwent Class: Q56; S03; X25

International Patent Class (Additional): B01D-015/08; F04B-043/02;

F04B-049/02; G01N-030/22

File Segment: EPI; EngPI



DEUTSCHES  
PATENTAMT

②1 Aktenzeichen: P 31 39 925.8  
②2 Anmeldetag: 8. 10. 81  
④3 Offenlegungstag: 14. 7. 83

= JP 58- 99 683  
= US 46- 24 625  
= EP 77 908

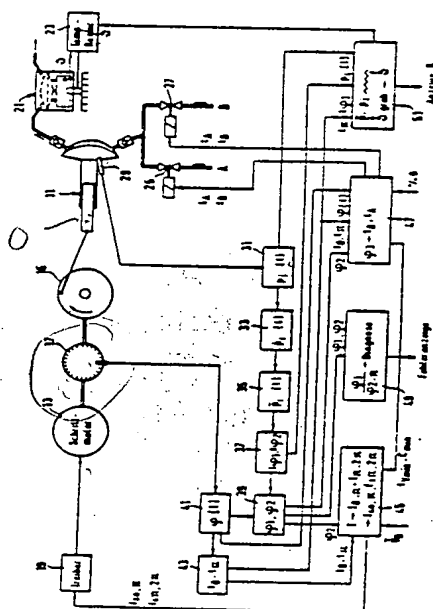
⑦1 Anmelder:  
Hewlett-Packard GmbH, 7030 Böblingen, DE

⑦2 Erfinder:  
Schrenker, Helge, 7500 Karlsruhe, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤4 Hochdruck-Dosierpumpe

Eine Hochdruck-Dosierpumpe mit einem Förderzyklus aus einer Ansaugphase, in der Flüssigkeit in eine Pumpenkammer gesaugt wird, einer Kompressionsphase, in der die angesaugte Flüssigkeit auf Förderdruck gebracht wird, einer Förderphase, in der ein Teil der komprimierten Flüssigkeit aus der Pumpenkammer ausgestoßen wird und einer Dekompressionsphase, in der die in der Pumpenkammer verbliebene Flüssigkeit wieder auf Ansaugdruck gebracht wird, weist eine Regeleinrichtung zum Einstellen und Konstanthalten des Förderstroms der geförderten Flüssigkeit auf der Saug- bzw. der Druckseite der Pumpe auf. Eine Detektoreinrichtung erfaßt den Übergang zwischen Kompressions- und Förderphase und/oder zwischen Dekompressions- und Ansaugphase. Die Regeleinrichtung leitet aus der Phase der Übergänge innerhalb des Pumpenzyklus ein Regelsignal für die Einstellung der Pumpengeschwindigkeit ab. (31 39 925)



## P A T E N T A N S P R Ü C H E

1. Hochdruckdosierpumpe mit einem Förderzyklus aus einer Ansaugphase, in der Flüssigkeit in eine Pumpenkammer gesaugt wird, einer Kompressionsphase, in der die angesaugte Flüssigkeit auf Förderdruck gebracht wird, einer Förderphase, in der ein Teil der komprimierten Flüssigkeit aus der Pumpenkammer ausgestoßen wird, und einer Dekompressionsphase, in der die in der Pumpenkammer verbliebene Flüssigkeit wieder auf Ansaugdruck gebracht wird, sowie mit einer Regeleinrichtung zum Einstellen und Konstanthalten des Förderstroms der geförderten Flüssigkeit auf der Saug- bzw. der Druckseite der Pumpe, dadurch gekennzeichnet, daß eine Detektoreinrichtung (17, 29, 31, 33, 35, 37, 39, 41) für den Übergang zwischen Kompressions- und Förderphase und/oder zwischen Dekompressions- und Ansaugphase vorgesehen ist und daß die Regeleinrichtung (45) aus der Phasenlage der Übergänge innerhalb des Förderzyklus ein Regelsignal für die Einstellung der Pumpengeschwindigkeit ableitet.
2. Pumpe nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß sie eine kurbelbetriebene Hubkolbenpumpe (11) ist und daß die Regeleinrichtung (45) die Zeitdauer T jedes Förderzyklus nach der Beziehung

$$T = \frac{0,5 \hat{V}_d}{\bar{V}_0} (1 - \cos \varphi_2)$$

einstellt, wobei  $\hat{V}_d$  den Pumpenhubraum,  $\bar{V}_0$  den gewünschten mittleren Förderstrom (Durchflußmenge) auf der Saugseite der Pumpe und  $\varphi_2$  die Phasenlage des Übergangs zwischen Dekompressions- und Ansaugphase bedeuten.

3. Pumpe nach Anspruch 1 oder 2, g e k e n n z e i c h n e t durch einen Drucksensor (29) für den Pumpeninnendruck, zwei diesem nachgeschaltete Differenzierglieder (33, 35) zur Bildung der zweiten Ableitung des Ausgangssignals des Drucksensors nach der Zeit, einen diesen nachgeschalteten Null-Durchgangsdetektor (37), einen Winkelkodierer (17, 41) für die Erfassung der Winkelstellung der Antriebswelle der Pumpe, sowie einen Phasendetektor (39), der aus den Ausgangssignalen des Winkelkodierers und des Nulldurchgangs-Detektors die Phasenlage der Übergänge innerhalb des Förderzyklus bestimmt.

4. Pumpe nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch g e k e n n z e i c h n e t , daß auf ihrer Saugseite eine zwischen zwei Zuführungsleitungen umschaltbare Proportioniereinrichtung (25, 27) vorgesehen ist, wobei die Phasenlage  $\varphi_3$  des Umschaltpunktes während jedes Förderzyklus das Mischungsverhältnis zweier zugeführter Flüssigkeiten (A, B) bestimmt, und daß der Umschaltpunkt durch eine Steuereinrichtung (47) vorgegeben wird zu

$$\varphi_3 = -\arccos \left[ \frac{\%B(\cos \varphi_2 - 1)}{100} + 1 \right] + 2\pi ,$$

wobei %B den Volumenanteil der einen Flüssigkeit (B) in der Mischung (A+B) und  $\varphi_2$  die Phasenlage des Übergangs zwischen Dekompressions- und Ansaugphase bedeuten.

5. Pumpe nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch g e k e n n z e i c h n e t , daß eine Diagnoseschaltung (49) vorgesehen ist, die das gegenseitige Verhältnis der Phasenlagen der Übergänge zwischen Kompressions- und Förderphase sowie zwischen Dekompressions- und Ansaugphase während jedes Förderzyklus überwacht und bei dessen Abweichung von einem vorgegebenen Sollbereich ein Fehlersignal abgibt.

6. Pumpe nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß  
ihr auf der Druckseite ein Pulsationsdämpfer (21) nachgeschaltet ist, der ein im Förderstrom liegendes druckabhängiges Volumen (61) aufweist, welches durch eine Membran (63) von einem mit kompressibler Flüssigkeit (67) gefüllten Raum getrennt ist.
7. Pumpe nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Temperatur des mit kompressibler Flüssigkeit (67) gefüllten Raums regelbar ist, derart, daß der Mittelwert des im Förderstrom liegenden Volumens (61) konstant gehalten wird.
8. Pumpe nach den Ansprüchen 4 und 6, dadurch gekennzeichnet, daß die Steuereinrichtung (47) den zeitlichen Ablauf des Förderzyklus hinsichtlich günstiger Voraussetzungen für die Ansteuerung der Proportioniereinrichtung (25, 27) einerseits und die Dämpfung der Pulsation des Förderstromes andererseits optimiert.

## HOCHDRUCK-DOSIERPUMPE

Hochdruck-Kolben- und -Kolben-Membran-Dosierpumpen, wie sie u.a. in der Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie eingesetzt werden, haben die für viele Aufgaben sehr nachteilige Eigenschaft, daß ihr Förderstrom  $\dot{V}$  (gefördertes Flüssigkeitsvolumen pro Zeiteinheit) bei gegebener Einstellung von Kolbenhub und -frequenz vom Förderdruck und von der Art und der Zusammensetzung der geförderten Flüssigkeit abhängt. Dies wird verursacht durch die Kompressibilität  $\alpha$  der gepumpten Flüssigkeit und die Elastizität der beteiligten Konstruktionselemente der Pumpe. Bei sogenannten Kolben- Membran-Pumpen, bei denen die Bewegung des Arbeitskolbens durch Hydraulikflüssigkeit auf eine flexible Membran und von dieser auf die Förderkammer übertragen wird, kommt dazu die Kompressibilität der Hydraulikflüssigkeit. Ein vom Förderdruck und der geförderten Flüssigkeit abhängiger Teil des Druckhubes wird also dazu verbraucht, die in die Förderkammer angesaugte Flüssigkeit auf Förderdruck zu komprimieren (Kompressionsphase). Die eigentliche Förderphase der Pumpe setzt also um einen Phasenwinkel  $\varphi_1$  der Antriebskurbel gegenüber dem unteren Totpunkt des Kolbens verspätet ein. Bei diesem Phasenwinkel  $\varphi_1$  öffnet auch das Auslaßventil der Pumpe. Die Förderphase dauert dann bis zum oberen Totpunkt (Phasenwinkel  $\pi$ ). Ebenso setzt die Ansaugphase nicht sofort nach Überschreiten des oberen Totpunktes, sondern verzögert bei einem Phasenwinkel  $\varphi_2$  ( $> \pi$ ) ein. Die Verzögerung wird bewirkt durch eine Dekompressionsphase bis zur Entspannung des in der Förderkammer verbleibenden Flüssigkeitsvolumens und der beteiligten elastischen Konstruktionselemente der Pumpe.

Die jeweiligen Anteile von Kompressions- und Dekompressionsphase an der Kolbenbewegung sind verschieden, vor allem wegen der bei deren Beginn jeweils unterschiedlichen Flüssigkeitsmenge in der Förderkammer. Am unteren Totpunkt, d.h. bei Beginn der Kompressionsphase, befinden sich das Kolbenhubvolumen  $\hat{V}_d$  und das nach Ende der Förderphase in der Förderkammer verbleibende Restvolumen  $V_0$  in der Förderkammer. Das auf Förderdruck  $p$  zu komprimierende Flüssigkeits-

volumen beträgt also  $V_0 + \hat{V}_d$ . Dagegen befindet sich am oberen Kolbentotpunkt, d.h. bei Beginn der Dekompressionsphase, nur noch das Restvolumen  $V_0$  in der Förderkammer. Das vom Förderdruck auf Saugdruck (Unterdruck) zu dekomprimierende Flüssigkeitsvolumen beträgt also  $V_0$ . Der Einfluß von elastischen Konstruktionselementen und ggf. Hydraulikflüssigkeit sollte sich dagegen auf Kompressions- und Dekompressionsphase gleich auswirken. Trotzdem wäre aus eventueller Kenntnis von  $\varphi_1$  nicht ohne weiteres auf  $\varphi_2$  zu schließen, da deren Verhältnis neben dem Verhältnis von  $V_0$  zu  $\hat{V}_d$  auch von dem Verhältnis zwischen der Kompressibilität  $\alpha$  der geförderten Flüssigkeit und der Elastizität der Konstruktionselemente der Pumpe und ggf. auch der Kompressibilität der Hydraulikflüssigkeit bestimmt wird.  $\alpha$  ist indessen bei der häufig vorkommenden Förderung von Flüssigkeitsgemischen von deren Art und deren im allgemeinen variablen Mischungsverhältnis abhängig und ist außerdem eine Funktion des Förderdruckes, also keine als näherungsweise konstant oder bekannt voraussetzende Größe. Auf diese Tatsache wird weiter unten noch näher eingegangen.

Besonders hohe Anforderungen an die Förderstromkonstanz, unabhängig von Förderdruck, Art und Zusammensetzung der geförderten Flüssigkeit, werden in der Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie gestellt, da die Genauigkeit der erzielten Analysenergebnisse ganz wesentlich hiervon mitbestimmt wird. Zusätzlich besteht häufig die Forderung nach einer präzisen Zeitprogrammierung des Mischungsverhältnisses der aus zwei oder mehr unterschiedlichen Komponenten zusammengesetzten Förderflüssigkeit.

Nach dem Stand der Technik sind verschiedene Dosierpumpenanordnungen bekannt, die trotz hohen Gegendrucks einen definierten konstanten und reproduzierbaren Förderstrom erzeugen und zwar unabhängig von Druck, Art und Zusammensetzung der geförderten Flüssigkeit. Die bekannten Lösungswege lassen sich grob in fünf Gruppen einteilen:

1. Messung des Eingangs- oder Ausgangsstromes der Pumpe mit einer geeigneten Meßvorrichtung, Vergleich des Ausgangssignals dieser

Vorrichtung mit einem vorgegebenen Sollwert und Korrektur der Pumpeneinstellung bei auftretenden Abweichungen über den aus Meßvorrichtung, Vergleicher, Stellglied und Pumpe gebildeten Regelkreis. Solche Anordnungen sind z.B. beschrieben in der US-PS 3 917 531 und in der DE-PS 22 63 768. Der Nachteil dieser Anordnung ist neben der teilweise aufwendigen Konstruktion die Notwendigkeit einer Eichung, da es sich durchweg um indirekte Meßverfahren handelt.

2. Konstanthaltung des Förderdruckes der Pumpe durch eine Druckregleinrichtung unabhängig von der Größe der nachgeschalteten Strömungswiderstände. Eine solche Anordnung ist z.B. beschrieben in der Publikation Nr. 03-913807-00, Juni 1978, der Firma Varian Associates. Mit einer solchen Pumpenanordnung wird zwar der Einfluß eines sich ändernden Förderdruckes auf den Förderstrom völlig vermieden, nicht aber der Einfluß der Kompressibilität der geförderten Flüssigkeit, so daß bei Analysen, die eine programmierte Änderung der Lösungsmittelzusammensetzung erfordern, eine gewisse Förderstromänderung wegen sich ändernder Kompressibilität der geförderten Flüssigkeit verbleibt.
3. Laufende Messung des Förderdruckes der Pumpe stromabwärts vom Auslaßventil und Ableitung eines Steuersignals für den Antrieb der Pumpe aus dem Druckmeßsignal, derart, daß bei steigendem Förderdruck die Hubfrequenz zur Kompensation der erhöhten Flüssigkeitskompression beschleunigt wird und umgekehrt (DE-PS 23 11 016). Dieses Verfahren hat den Nachteil, daß für jede Förderflüssigkeit eine individuelle Einstellung (Eichung) der Steuereinrichtung notwendig ist und daß bei Förderung von Flüssigkeitsgemischen sich ändernder Zusammensetzung die Kompensation überhaupt nur unvollständig ist.
4. Bei Doppelkolbenpumpen mit zwei um  $\pi$  phasenverschoben arbeitenden Förderkammern macht sich die jeweilige Kompressionsphase als



kurzzeitiger Druckeinbruch bemerkbar, der stromabwärts vom Auslaßventil meßbar ist. Diese Druckeinbrüche werden bei der in der US-PS 4 137 011 beschriebenen Anordnung durch eine schnelle, auf den Pumpenantrieb wirkende Druckregelung ausgeglichen, welche durch starke Beschleunigung des Antriebs während der Kompressionsphasen die Druckeinbrüche glättet und damit den zeitlichen Anteil der Kompressionsphasen am Pumpenzyklus und damit auch deren Anteil an der Bildung des Förderstroms stark reduziert. Durch zusätzliche Speicher- und Nachführeinrichtungen wird der Sollwert für die Druckregelung bei Änderung der Strömungswiderstände automatisch nachgeführt. Mit dieser Einrichtung ist zwar die weitgehende Konstanzhaltung des auf Förderdruck bezogenen Förderstromes  $\dot{V}_p$  erreichbar. Besonders in der Flüssigkeitschromatographie ist indessen die Konstanzhaltung des auf die entspannte Flüssigkeit bezogenen Förderstromes  $\dot{V}_0$  wegen dessen direkten Einflusses auf das quantitative Analyse-Ergebnis wünschenswert. Zwischen beiden Förderströmen besteht in erster Näherung die Beziehung

$$\dot{V}_p = \dot{V}_0 (1 - \alpha p)$$

d.h. bei konstant gehaltenem  $\dot{V}_p$  ändert sich  $\dot{V}_0$  immer noch mit dem Förderdruck  $p$  und der Kompressibilität  $\alpha$  der geförderten Flüssigkeit.

5. Trennung der Aufgaben der Volumendosierung (Erzeugung eines konstanten Förderstromes  $\dot{V}_0$ ) und der Druckerzeugung. Entsprechende Anordnungen sind z.B. in der DE-PS 26 12 609 und der DE-OS 29 31 017 beschrieben. Bei ihnen ist die Hintereinanderschaltung einer nahezu drucklos fördernden Dosierpumpe und einer Hochdruckpumpe vorgesehen, wobei entweder die Hochdruckpumpe so konstruiert ist, daß sie zwangsläufig jede von der Dosierpumpe gelieferte Fördermenge auf den zur Überwindung der nachgeschalteten Strömungswiderstände erforderlichen Druck bringt, oder zwischen Dosierpumpe und Druckerzeugungspumpe noch ein Regler geschaltet ist, der durch Nachführung der Druckerzeugungspumpe für den laufenden Ausgleich der Förderstrombilanz

zwischen beiden Pumpen sorgt. Dieser Lösungsvorschlag erfüllt die Forderung nach konstantem Förderstrom  $V_0$ , ist jedoch aufwendig, da mindestens eine Dosierpumpe und eine Druckerzeugungspumpe benötigt werden.

Eine Zusatzaufgabe von Dosierpumpen ist in der Flüssigkeitschromatographie die Erzeugung von Mischungsgradienten, d.h. die kontrollierte Änderung der Zusammensetzung einer Lösungsmittelmischung über der Zeit. In der Flüssigkeitschromatographie wird dies als Gradientenelution bezeichnet. Hinsichtlich Reproduzierbarkeit und Genauigkeit gelten für den Mischungsverlauf dieselben hohen Anforderungen wie für den Förderstrom.

Eine technisch aufwendige und deshalb kostspielige Lösung dieser Zusatzaufgabe besteht nach dem Stand der Technik in der Verwendung je einer Dosierpumpe mit Förderstromprogrammierung pro Mischungskomponente. Deutlich kostengünstiger ist der zeitprogrammierte Wechsel der an der Saugseite einer Pumpe angelieferten Mischungskomponenten während der Saugphase der Pumpe durch Proportionierventile in der Saugleitung. Hierbei ist es natürlich erforderlich, die Dekompressionsphase der Pumpe in geeigneter Weise im Steuerprogramm der Ventile zu berücksichtigen. Bei der unter 2. beschriebenen Pumpenanordnung ist das Pumpeneinlaßventil derart mit dem Pumpenantrieb synchronisiert, daß es gegenüber dem unteren Kolbentotpunkt um einen konstanten Phasenwinkel  $\varphi$  verzögert öffnet. Der jeweilige Beginn des Ventilsteuerzyklus ist mit dem Öffnungszeitpunkt des Saugventils synchronisiert (siehe DE-OS 26 49 593). Wegen der Unveränderbarkeit der Öffnungsverzögerung kann diese Synchronisationsmethode nur für eine bestimmte Kompressibilität  $\alpha$  der geförderten Flüssigkeit ganz korrekt sein.

Für die unter 4. beschriebene Pumpenanordnung ist in der US-PS 4 128 476 eine Methode angegeben, bei der die zeitliche Lage der Minima der Einbrüche des stromabwärts vom Auslaßventil der Pumpe gemessenen Druckes relativ vom oberen Kolbentotpunkt als Indikator für die Dauer der Kompressionsphase benutzt wird. Weiterhin wird dieser Meßwert mit einem konstanten Faktor multipliziert, der das Verhältnis zwischen Kompressions- und Dekompressionsphase

berücksichtigen soll. Es wird also von der gemessenen Dauer der Kompressionsphase auf die für die Synchronisation der Proportionier-ventile benötigte Dauer der Dekompressionsphase rückgeschlossen. Dieser Rückschluß kann aber, wie eingangs ausgeführt wurde, nur für eine mittlere Kompressibilität der geförderten Flüssigkeit korrekt sein. Weicht die tatsächliche Kompressibilität von diesem mittleren Wert ab, so kann es je nach Pumpenkonstruktion zu mehr oder weniger großen Fehlern bei der Synchronisation der Proportionier-ventile kommen.

A  
Der Erfindung gemäß Anspruch 1 liegt die Aufgabe zugrunde, eine Hochdruck-Dosierpumpe zu schaffen, die einstufig ist, eine Konstanthaltung des Förderstromes unabhängig vom Gegendruck und von der Art der geförderten Flüssigkeit ermöglicht und weiterhin für eine von diesen Einflußgrößen unabhängige exakte Gradienten-elution geeignet ist.

Vorteilhafte Ausführungsformen bzw. Weiterbildungen der Erfindung sind in den Unteransprüchen gekennzeichnet.

Erfindungsgemäß werden demnach die Anteile von Dekompressions- und Kompressionsphase am Arbeitszyklus (eine volle Kurbelwellen-umdrehung) gemessen, und aus diesen Messungen werden Steuersignale zur Einstellung und Konstanthaltung des Förderstromes der Pumpe unabhängig vom Förderdruck und von der geförderten Flüssigkeit abgeleitet. Dabei wird unter Heranziehung des Meßwertes für den Anteil der Dekompressionsphase (Phasenwinkel  $\varphi_2$ ) der Förderstrom  $\dot{V}_0$  der entspannten Flüssigkeit konstant gehalten. Wahlweise kann auch unter Heranziehung des Meßwertes für den Anteil der Kompressionsphase (Phasenwinkel  $\varphi_1$ ) der Förderstrom  $\dot{V}_p$  der auf Förderdruck komprimierten Flüssigkeit konstant gehalten werden.

Aus dem die Dekompressionsphase charakterisierenden Meßwert  $\varphi_2$  läßt sich eine Synchronisiersignal zur exakten, druck- und kompressibilitätskompensierten Steuerung von Proportionier-ventilen in der Pumpensaugleitung für die Gradientenelution ableiten.

Der zeitliche Ablauf des Pumpenzyklus hinsichtlich günstiger Voraussetzungen für die Ansteuerung der Proportionsventile einerseits und die Dämpfung der Pulsation des Förderstromes andererseits läßt sich dabei optimieren.

Das Verhältnis zwischen Kompressionsphase  $\varphi_1$  und Dekompressionsphase  $\varphi_2 - \pi$  läßt sich zur laufenden Überwachung der korrekten Funktion der Pumpe, insbesondere zur Erkennung von Undichtigkeiten der Aus- und Einlaßventile und des Auftretens von Luftblasen während der Saugphase in der Förderkammer heranziehen. Ist der Pumpe eine Pulsationsdämpfungseinrichtung nachgeschaltet, so läßt sich deren mittleres Volumen unabhängig vom Förderdruck zur Sicherstellung konstanter Verzögerung zwischen Programmstand der Mischungs-einrichtung und am Ausgang der Dämpfungseinrichtung angeliefertem Mischungsverhältnis bei gegebenen Förderstrom konstant halten.

Die Erfindung wird im folgenden anhand eines Ausführungsbeispiels in Verbindung mit der zugehörigen Zeichnung erläutert. In der Zeichnung zeigen:

Fig. 1 schematisch eine Kolbenpumpe zur Erläuterung der der Erfindung zugrundeliegenden Problematik;

Fig. 2 den Verlauf verschiedener Betriebsgrößen der Pumpe gemäß Fig. 1 in Abhängigkeit vom Phasenwinkel  $\varphi$ ;

Fig. 3 das Blockschaltbild einer erfindungsgemäßen Pumpenanordnung mit zugehöriger Regelschaltung und

Fig. 4 den in Fig. 3 enthaltenen Pulsationsdämpfer im Detail.

In Fig. 1 bedeuten  $\varphi = \omega t$  die Winkellage (Phasenwinkel) der Antriebskurbel,  $\omega$  die Winkelgeschwindigkeit der Antriebskurbel,  $V_d$  die Volumenverdrängung des Kolbens,  $\hat{V}_d$  den Hubraum des Kolbens,  $V_0$  das Totvolumen der Pumpe,  $\dot{V}_0$  Die Durchflußmenge (Förderstrom) der drucklosen Flüssigkeit und  $\dot{V}_p$  den Förderstrom der auf Förderdruck  $p$  komprimierten Flüssigkeit. Die in Fig. 1 dargestellte Pumpe stellt das bekannte Grundschemata einer Kolbenpumpe mit Pumpen-

sich ggf. auf drei oder mehr Komponenten sinngemäß erweitern läßt.

Der Aufbau einer erfindungsgemäßen Regeleinrichtung für den Förderstrom und der Steuereinrichtung für das Mischungsverhältnis (im vorliegenden Beispiel aus zwei Komponenten), der durch eine Kolben- oder Kolben-Membran-Dosierpumpe geförderten Flüssigkeit ist in Fig. 3 dargestellt.

Mit 11 ist eine Kolben-Membranpumpe bezeichnet, die von einem Schrittmotor 13 über eine Kurbelwelle 15 angetrieben wird. Die Winkelstellung der Kurbelwelle 15 wird durch einen Winkelkodierer 17 erfaßt. Der Schrittmotor 13 wird von einer Treiberschaltung 19 angesteuert.

Der Pumpe 11 ist auf der Hochdruckseite ein Pulsationsdämpfer 21 mit einem Temperaturregler 23 nachgeschaltet, auf die weiter unten noch näher eingegangen wird. Auf der Saugseite der Pumpe 11 befinden sich Proportionsventile 25 und 27 für zwei Mischungskomponenten A und B. Der Innendruck in der Pumpe 11 wird mittels eines Druckfühlers 29 gemessen.

Der Druckfühler 29 ist mit einem Drucksignalgeber 31 verbunden, der seinerseits über Differenzierglieder 33 und 35 und einem Nulldurchgangsdetektor 37 mit einem Phasenübergangsgeber 39 verbunden ist. Der Winkelkodierer 17 ist mit einem Winkelsignalgeber 41 verbunden, der wiederum mit einem Totpunktgeber 43 verbunden ist. Auswerte- und Regelschaltungen 45, 47, 49 und 51 empfangen ausgewählte Signale von den vorgenannten Signalgebern 31, 37, 39, 41 und 43 und geben Anzeige- bzw. Regelsignale ab. Die dynamische Messung des Innendruckverlaufes  $p_i(t)$  in der Pumpe 11 kann im Falle einer Kolben-Membranpumpe im Bereich der Hydraulik-Flüssigkeit oder direkt in der Förderkammer mittels eines totvolumenarmen Druckaufnehmers mit bündig verschweißter Übertragungsmembran und ausreichend hoher Eigenfrequenz (z.B. 5 kHz für eine Pumpen-

hubfrequenz von 5 bis 10 Hz) erfolgen. Die Stellung  $\varphi(t)$  der Kurbelwelle 15 wird mittels des Winkelkodierers 17 gemessen, der vorzugsweise optoelektronisch arbeitet und eine Teilkreisauflösung von besser als 1:500 aufweist. Als  $\varphi = 0$  ist der untere Kolbentotpunkt (Beginn der Kompressionsphase) definiert. Das Drucksignal  $p_i(t)$  wird vom Drucksignalgeber 31 verstärkt und von den Differenziergliedern 33 und 35 zweimal differenziert. Aus der zweiten Ableitung  $\ddot{p}_i(t)$  werden mittels des Nulldurchgangsdetektors 37, der auch als flankengetriggelter Detektor ausgebildet sein kann, die Zeitpunkte für die Phasenwinkel  $\varphi_1$  und  $\varphi_2$  ermittelt, aus denen der Phasenübergangsdetektor 39 unter Benutzung des Ausgangssignals des Winkelsignalgebers 41 die Phasenwinkel  $\varphi_1$  und  $\varphi_2$  ableitet.

Die Steuerung des Schrittmotors 13 der Pumpe 11 erfolgt durch die Auswerte- und Regelschaltung 45. Entsprechend dem Regelalgorithmus gemäß Gleichung (1) wird aus der Sollwertvorgabe für den Förderstrom  $\dot{V}_0$  und  $\varphi_2$  zunächst  $T$ , die für eine volle Kurbelwellenumdrehung verfügbare Zeit ermittelt. Nachdem Gleichung (1) keine weitere Forderung, etwa über die Art des Bewegungsablaufs zwischen 0 und  $2\pi$  enthält, wird dieser im Hinblick auf günstige Voraussetzungen für die Steuerung der Proportionierventile 25 und 27 und die Pulsationsdämpfung optimiert. Im Einzelnen wird  $T$  in zwei Teilzeiten, nämlich  $T_{0,\pi} + T_{\pi,2\pi}$  unterteilt, wobei

$$T_{0,\pi} + T_{\pi,2\pi} = T$$

gilt. Die Schrittfrequenz  $f_s$  des für den Pumpenantrieb verwendeten Schrittmotors wird aus diesen Zeiten zu

$$f_{s,0,\pi} = \frac{N}{2T_{0,\pi}} \quad \text{und} \quad f_{s,\pi,2\pi} = \frac{N}{2T_{\pi,2\pi}}$$

ermittelt, wobei  $N$  die Schrittzahl des Schrittmotors für eine Umdrehung ist.

Hinsichtlich der Aufteilung von  $T$  in  $T_{0,\pi}$  und  $T_{\pi,2\pi}$  wird wie folgt verfahren:

Es sei  $C_{\min}$  die gewünschte Minimalkonzentration einer der Komponenten A und B in der Mischung und  $t_{V\min}$  sei die kleinste mit den Proportionierventilen realisierbare Öffnungszeit. Daraus ergibt sich für ein ordnungsgemäßes Funktionieren der Proportionierventile die Mindestforderung

$$T_{\pi, 2\pi} = \frac{\pi t_{V\min}}{2C_{\min}},$$

die sich auf den ungünstigsten Fall bezieht, daß der Eröffnungszeitpunkt für das den geringsten Mischungsanteil liefernde Ventil in den Bereich  $\varphi \approx 1,5\pi$  fällt. Andererseits ist es im Interesse einer möglichst guten Pulsationsdämpfung wünschenswert, den Anteil  $T_{0,\pi}$  in den die Förderphase fällt, so groß wie möglich zu machen. Deshalb wird  $T_{\pi,2\pi}$  immer wie vorstehend vorgegeben, woraus dann für die Ansteuerung des Schrittmotors folgt:

$$T_{0,\pi} = \frac{0,5V_d}{V_0} (1 - \cos \varphi_2) - \frac{\pi t_{V\min}}{2C_{\min}} \text{ und } f_{s\ 0,\pi} = \frac{N}{2T_{0,\pi}} \quad (1a)$$

$$T_{\pi,2\pi} = \frac{\pi t_{V\min}}{2C_{\min}} \text{ und } f_{s\ \pi,2\pi} = \frac{N}{2T_{\pi,2\pi}} \quad (1b)$$

Auf diese Weise wird erreicht, daß der Anteil der Saugphase am Gesamtzyklus immer gerade so groß ist, um eine hinreichend genaue Funktion der Proportioniereinrichtung sicherzustellen, wobei sich dann der Anteil der Förderphase auf den jeweils größtmöglichen Wert einstellt, mit dem Ergebnis besserer Pulsationsdämpfung des Förderstromes, besonders bei kleinem Förderstrom und daraus resultierender großer Periodendauer  $T$ .

Die Auswerte- und Regelschaltung 47 steuert die Proportionierventile 25 und 27, im vorliegenden Fall also das Mischungsverhältnis zwischen den Komponenten A und B bzw. die Volumenkonzentration

%B in (A+B). Aus dem Signal  $\varphi(t)$  wird zunächst der Zeitpunkt  $t_\pi$  des Kurbelwellendurchgangs durch den oberen Kolbentotpunkt ermittelt, und zu diesem Zeitpunkt wird das Proportionsventil 25 geöffnet, während das Proportionsventil 27 geschlossen wird. Entsprechend dem Steueralgorithmus gemäß (2) werden aus  $\varphi_2$  und der Sollwertvorgabe für die Volumenkonzentration %B der Wert  $\varphi_3$ , sowie durch dessen Korrelation mit  $\varphi(t)$  der Ventilschaltzeitpunkt  $t_3$  ermittelt, und zu diesem Zeitpunkt wird das Proportionsventil 27 geöffnet, während das Proportionsventil 25 geschlossen wird.

Die Auswerteschaltung 49 dient zur Erkennung von Störungen in den Pumpenventilen usw. Hier wird das Verhältnis  $\frac{\varphi_1}{\varphi_2 - \pi}$  gebildet, das sich in einem bestimmten, für die Pumpenkonstruktion charakteristischen Bereich bewegen muß. Wird dieser Bereich deutlich überschritten, d.h. die Förderphase deutlich kleiner und/oder die Saugphase deutlich größer als zu erwarten wäre, so weist dies entweder auf angesaugte Luftblasen oder auf ein nicht dicht schließendes Einlaßventil hin. Wird der Bereich deutlich unterschritten, so weist dies auf nicht dicht schließendes Auslaßventil hin. Die Auswerteschaltung 49 gibt dann ein entsprechendes Fehler-signal an eine Fehleranzeige ab.

Die Auswerte- und Regelschaltung 51 errechnet aus dem während jeweils einer Anzahl von Förderzyklen (z.B.  $n = 5$ ) auftretenden mittleren Förderdruck  $\bar{p}$  eine zur Druckkompensation des Volumens im Pulsationsdämpfer 21 erforderliche Temperatur. Dies hat folgenden Hintergrund:

Für die Glättung (Pulsationsdämpfung) des Förderstromes von Kolbendosierpumpen sind Einrichtungen im Gebrauch, die ein vom Förderstrom durchflossenes Volumen aufweisen, das sich proportional zum Förderdruck vergrößert bzw. verkleinert ( $\Delta V = C \Delta p$ ), also die Funktion eines elektrischen Kondensators hydraulisch nachbilden. Bei der Anwendung in der Flüssigkeitschromatographie mit Programmierung eines Mischungsgradienten auf der Pumpensaugseite haben diese bekannt-



ten Einrichtungen den Nachteil, daß sich ihr Volumen bei hohem Förderdruck derart vergrößert, daß besonders bei kleineren Förderströmen beträchtliche Zeitverzögerungen zwischen dem Programmstand  $\vartheta$  der Mischungseinrichtung und dem am Ausgang der Dämpfungseinrichtung tatsächlich angelieferten Mischungsverhältnis ergeben. Außerdem würde bei sich änderndem Strömungswiderstand auch eine Änderung dieser Verzögerungszeit folgen, was eine Beeinträchtigung der Reproduzierbarkeit von Analysen nach sich ziehen könnte.

Fig. 4 zeigt den in der Anordnung nach Fig. 3 eingesetzten Pulsationsdämpfer 21 im Detail. Das von der geförderten Flüssigkeit durchströmte Dämpfungsvolumen 61 wird durch eine elastische Stahlmembran 63 von einer in einem druckfesten Behälter 65 und der Membran 63 eingeschlossenen elastischen Flüssigkeit 67 mit der Kompressibilität  $\kappa(p)$  und dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten  $\gamma$  getrennt. Die Membran 63 wird durch zwei kalottenförmig ausgebildete Anschlagflächen 69 mit Ein- und Auslaßbohrungen 71 vor Überdehnungen bei Funktionsfehlern geschützt. Bei Druckanstieg im Dämpfungsvolumen 61 wird die eingeschlossene Flüssigkeit 67 komprimiert, und die Membran 63 wölbt sich in deren Richtung, was zur Vergrößerung des Volumens 61 führt. Dieser Effekt ist nur in soweit erwünscht, als die Vergrößerung maximal dem während eines Pumpenzyklus von der Pumpe gelieferten Flüssigkeitsvolumen entspricht, d.h. der Pulsationsdämpfer speichert einen Teil des während der Förderphase durch die Pumpe gelieferten Volumens und gibt diesen während des übrigen ("unproduktiven") Teils des Pumpenzyklus wieder ab. Im vorliegenden Ausführungsbeispiel wird abweichend von bekannten Ausführungsformen der Bewegungsspielraum der Membran 63 durch die kalottenförmigen Anschlagflächen 69 auf etwa das vierfache dieses Wertes begrenzt. Ebenfalls abweichend von bekannten Ausführungsformen wird durch eine schnelle Regelung der Temperatur  $\vartheta$  der eingeschlossenen Flüssigkeit 67 (Regelzeit max. 1 bis 2 min) sichergestellt, daß die Membran 63 sich unabhängig vom mittleren Förderdruck  $p$  etwa um ihre Neutrallage bewegt und zwar nach folgender Beziehung:

$$\vartheta = \frac{1}{\gamma} \int_0^{\bar{p}} \alpha(p) dp \quad (3)$$

Der in Fig. 4 dargestellte Pulsationsdämpfer weist dazu einen Temperaturfühler 73 und ein Peltier-Heiz-/Kühlelement 75 auf. Außerdem ist der gesamte Pulsationsdämpfer von einem wärmeisolierenden Mantel 77 umschlossen.

Die Auswerte- und Regelschaltung 51 (Fig. 3) benutzt die Beziehung gemäß (3) zunächst zur groben Annäherung an die für die Druckkompensation des Dämpfungsvolumens 61 erforderliche Temperatur. Die Feinabstimmung der Temperatur erfolgt nach der Überlegung, daß jener Wert richtig ist, bei dem die Restpulsation<sup>P<sub>iw</sub></sup> zwischen  $\varphi_1$  und  $\pi$  gemessenen Druckes ein Minimum erreicht, d.h. die Membran besitzt die zur Aufnahme des von der Pumpe je Zyklus gelieferten Volumens ausreichende freie Beweglichkeit. Die Auswerte- und Regelschaltung 51 ermittelt also folgende Daten:

$$\frac{1}{n} \sum_{(n)} \left( \frac{1}{t_\pi - t_{\varphi_1}} \int_{t_{\varphi_1}}^{t_\pi} p_i dt \right) = \bar{p}$$

und daraus gemäß Gleichung (3)  $\vartheta_{\text{grob}}$ . Weiterhin:

$$p_{it_\pi} - p_{it_{\varphi_1}} = p_{i\sim}$$

daraus wird die Feinregelung von  $\vartheta$  abgeleitet, bis  $p_{i\sim}$  ein Minimum durchläuft.  $\vartheta_{\text{grob}}$  wird sinnvoll so gewählt, daß sich im eingeschlossenen Flüssigkeitsvolumen 61 ein für optimale Dämpfung zu hoher Druck einstellt, wonach durch die Feinregelung dann auf das Pulsationsminimum  $p_{i\sim\text{min}}$  heruntergegangen wird und der sich daraus ergebende Temperatursollwert festgehalten wird. Ändert sich dann  $\bar{p}$  so wird gemäß Gleichung (3) ein neuer Temperatursollwert ermittelt usw. Das System ist auf diese Weise hinsichtlich der Einstellung der für optimale Dämpfung erforderlichen Temperatur selbsttätig, so daß keine besonders hohen Anforderungen an die absolute Genauigkeit der Temperaturmeß- und -regleinrichtung gestellt werden müssen.

Fig. 2a

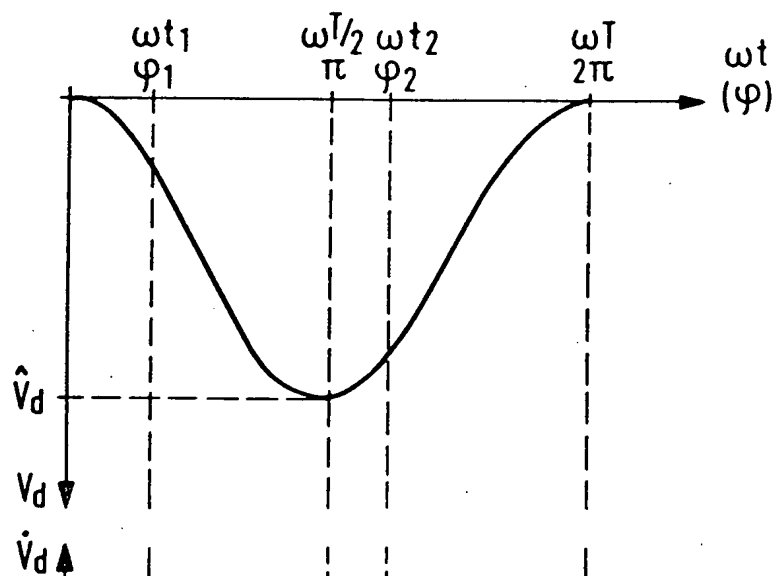


Fig. 2b

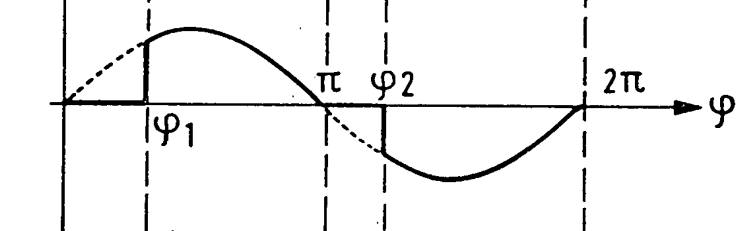


Fig. 2c

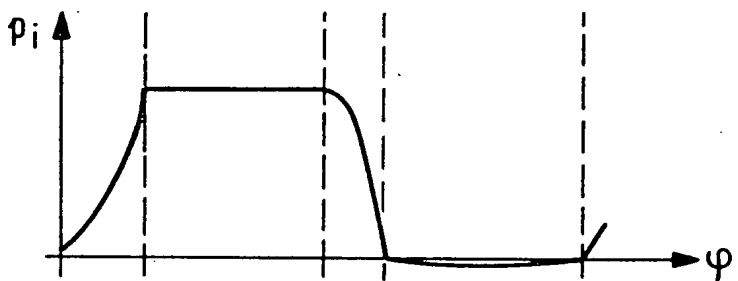


Fig. 2d

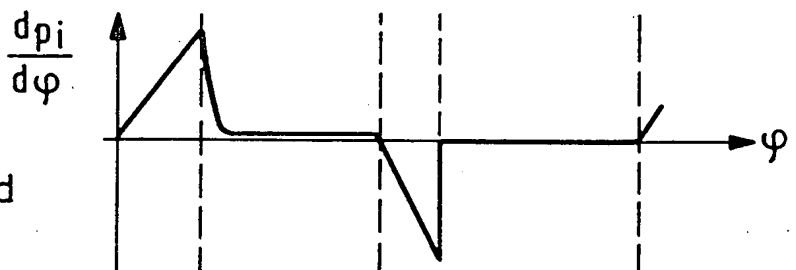
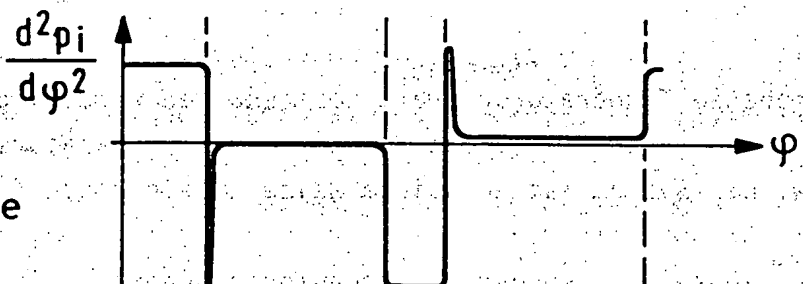
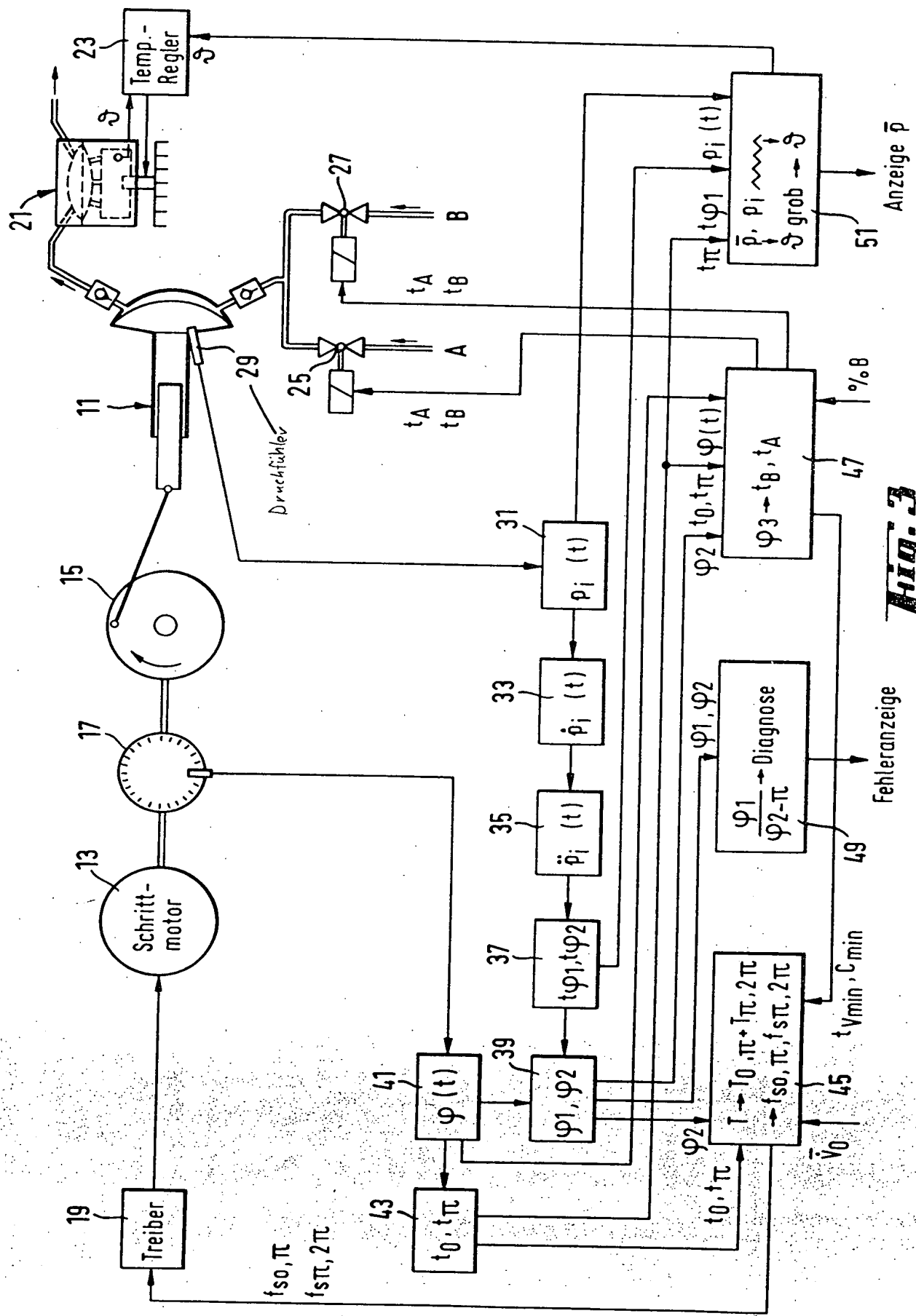


Fig. 2e



**Fig. 2**



**Fig. 3**

21

Nummer:

31 39 925

Int. Cl.<sup>3</sup>:

F04B 49/02

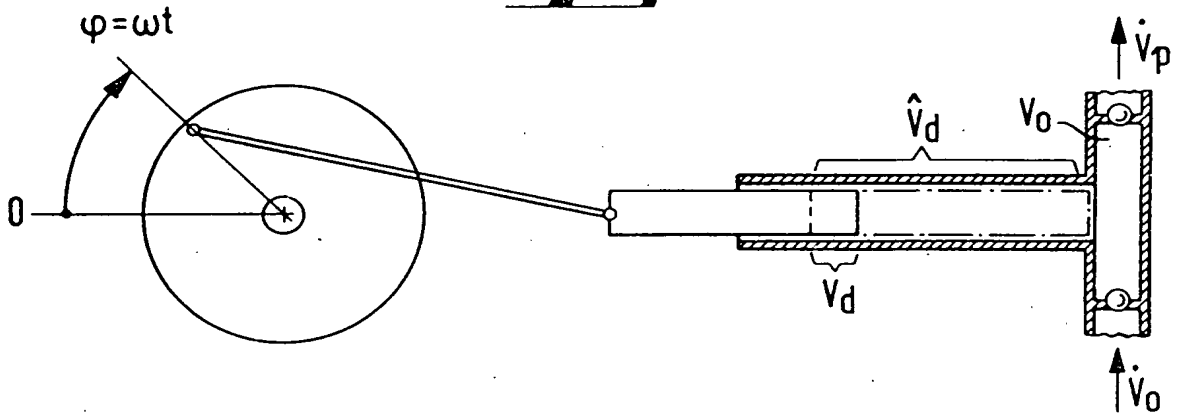
Anmeldetag:

8. Oktober 1981

Offenlegungstag:

14. Juli 1983

**Fig. 1**



**Fig. 4**

